

⑫ 公開特許公報(A) 平1-245087

⑬ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)9月29日

C 09 K 11/00
11/06
H 05 B 33/14F-7215-4H
Z-7215-4H
7254-3K

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全5頁)

⑮ 発明の名称 有機エレクトロルミネッセンス素子

⑯ 特 願 昭63-308859

⑰ 出 願 昭63(1988)12月8日

優先権主張 ⑱ 昭62(1987)12月11日 ⑲ 日本(JP) ⑳ 特願 昭62-312356

㉑ 発 明 者 細 川 地 潮 千葉県君津郡袖ヶ浦町上泉1280番地 出光興産株式会社内

㉒ 発 明 者 橋 本 正 千葉県君津郡袖ヶ浦町上泉1280番地 出光興産株式会社内

㉓ 出 願 人 出光興産株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号

㉔ 代 理 人 弁理士 大 谷 保

明 細 書

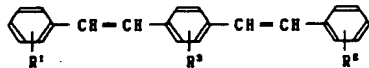
1. 発明の名称

有機エレクトロルミネッセンス素子

2. 特許請求の範囲

(1) 1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体を発光材料として用いたことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

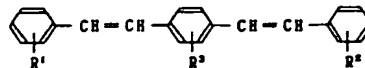
(2) 1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体が、一般式



(式中、R¹およびR²は、それぞれ炭素数1~4のアルキル基を示し、R³は、水素または炭素数1~4のアルキル基を示す。)で表わされるものである請求項1記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

(3) 少なくとも一方が透明または半透明の二つの電極間に、薄膜状の1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体を挟着したことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

(4) 1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体が、一般式



(式中、R¹、R²およびR³は、前記と同じである。)で表わされるものである請求項3記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、有機エレクトロルミネッセンス素子に関し、詳しくは、各種表示装置の発光体として用いられる有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

(従来技術及び発明が解決しようとする課題)

エレクトロルミネッセンス素子(以下EL素子という)は、自己発光のため視認性が高く、また完全固体素子であるため耐衝撃性に優れるという特徴を有しており、現在、無機蛍光体である

ZnS:Mnを用いたEL素子が広く使用されている。しかしながら、このような無機EL素子は、

発光させるための印加電圧が200V近く必要のため、駆動方法が複雑である。一方有機薄膜E.L.素子は、印加電圧を大幅に低下させることができるため、各種材料を用いたものが開発されつつある。既にヴィンセットらは、アントラセンを発光体とし、膜厚を約0.6 μ mとした蒸着膜を用いてE.L.素子を作製し、印加電圧30Vにて青色の可視発光を得ている(Thin Solid Films, 94 (1982) 171)。しかし、この素子は輝度が不充分であり、印加電圧も依然として高くしなければならない。また近年に至っては、10V程度の低電圧を印加するだけで5~90cd/m²の輝度の発光を示す有機E.L.素子が、LB法(ラングミュア・ブロッジェット法)を用いた薄膜にて作製されている(特開昭61-43682号公報及び同61-63691号公報参照)。

しかしながら、この有機E.L.素子は、LB法による単分子膜の累積によって電子受容性と電子供与性の発光性物質の積層膜を作製するため、構成が複雑であるとともに、製造が煩雑であり、実用

性に欠けるという問題がある。

さらに、25V以下の低電圧印加で高輝度を発現する有機E.L.素子も開発されている(特開昭59-194393号公報参照)。このE.L.素子は、電極/正孔注入層/発光層/電極とした積層型のものであるが、電極間の膜厚が0.5 μ m以下であることが必要であり、そのためピンホールが生じやすく、生産性が低いという大きな問題がある。

(課題を解決するための手段)

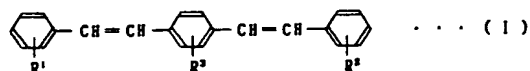
そこで本発明者らは、上記従来技術の問題点を解消し、低電圧を印加するだけで高輝度に発光し、しかも構成が簡単で容易に製造することのできるE.L.素子を開発すべく鋭意研究を重ねた。その結果、特定の有機化合物を発光材料として用いることにより、これらの条件を達成できることを見出し、本発明を完成するに至った。

即ち、本発明は、1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体を発光材料として用いたことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素

子を提供するものである。

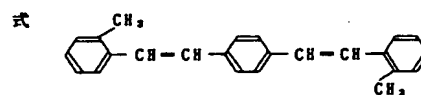
本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子は、上記1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体を発光材料として用いればよく、特にその使用形態に制限はないが、好ましくは少なくとも一方が透明または半透明の二つの電極間に、薄膜状の1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体を挟着した構成とする。

本発明において、発光体として用いられる有機化合物は、1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体であって、特に一般式

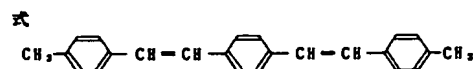


で表わされるものが好適である。ここで、式中のR¹、R²はそれぞれ炭素数1~4のアルキル基(例えば、メチル基、エチル基、n-プロピル基、i-プロピル基、n-ブチル基、i-ブチル基、s-ブチル基、t-ブチル基)を示し、両者とも同じものでも異なるものでもよい。また、R²は水素あるいは上記R¹、R²と同様に炭素数1~4

のアルキル基を示す。この一般式(1)で表わされる1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体は各種のものがあるが、例えば1,4-ビス(2-メチルスチリル)ベンゼン；1,4-ビス(3-メチルスチリル)ベンゼン；1,4-ビス(4-メチルスチリル)ベンゼン；ジスチリルベンゼン；1,4-ビス(2-エチルスチリル)ベンゼン；1,4-ビス(3-エチルスチリル)ベンゼン；1,4-ビス(4-エチルスチリル)ベンゼン；1,4-ビス(2-メチルスチリル)-2-メチルベンゼン；1,4-ビス(2-メチルスチリル)-2-エチルベンゼンなどをあげることができる。このうち特に



で表わされる1,4-ビス(2-メチルスチリル)ベンゼン及び



で表わされる1,4-ビス(4-メチルスチリル)ベンゼンが好適に使用される。

また、上記発光体の薄膜の膜厚は、特に制限はなく適宜状況に応じて選定すればよいが、通常は10nm~5 μ m、好ましくは0.01~2 μ m程度である。

この発光体としての1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体を薄膜化する方法としては、スピンコート、蒸着、キャスト、LB等の方法が挙げられるが、形成される膜の均一性の面からみて蒸着法が最も好ましい。

1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体を蒸着法により薄膜化する場合、その条件は各種状況によって変動し、一般的には決定できないが、好ましい例は、加熱温度150~250℃、基板温度0~200℃、真空度 10^{-4} ~ 10^{-5} Pa、蒸着速度0.1~30nm/secとして、膜厚を10nmから5 μ mの範囲となるように、1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体の種類や蒸着装置の種類などの各種条件により、最適

な条件を選定する。

この1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体を用いた有機エレクトロルミネッセンス素子(EL素子)は、例えば第1図に示すように形成される。即ち、ガラス、ポリマー、石英などの支持基板1上に、金、アルミニウム、インジウムチンオキサイド(酸化インジウムと酸化錫の混合物:ITO)、インジウム、マグネシウムなどの極薄膜の電極2をスパッタ法などにより、10~1000nm、好ましくは発光体との間の段差を少なくするために10~50nmの厚さで形成し、次いで前記1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体からなる発光体3を薄膜にて形成する。さらに該発光体3の上に電極4を形成し、前記支持基板1上の電極2とともに発光体3を挟着する。この際、両電極2,4の内、少なくとも一方は、発光体3からの光を透過するように透明または半透明であることが必要であり、支持基板1側を透明または半透明とする場合には、支持基板1も透明もしくは半透明とすべきである。

そして上記電極2,4をそれぞれ電源5、例えば直流10~30Vあるいは交流10~30V程度の電源に接続する。

このような電源により電圧を印加すると、1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体からなる発光体3が青色または青緑色に発光する。

なお、上記の支持基板や電極は、従来から用いられている材料を、従来からの方法により形成して使用することができる。

[実施例]

次に、本発明を実施例により更に詳しく説明する。

実施例1

25mm×75mm×1.1mmのガラス基板上にITO(インジウムチンオキサイド)をスパッタ法で50nmの厚さに製膜したものを透明支持基板とし、この透明支持基板を市販の真空蒸着装置(日本真空技術製)の基板ホルダーに固定し、モリブデン製の抵抗加熱ポートに1,4-ビス(2-メチルスチリル)ベンゼンを100 μ g入れ、真空

槽を 5×10^{-4} Paまで減圧した。さらに前記ポートを160℃まで加熱し、蒸着速度1.0nm/secで1,4-ビス(2-メチルスチリル)ベンゼンを透明支持基板上に蒸着し、膜厚0.7 μ mの発光体薄膜を得た。このときの基板温度は室温であった。これを真空槽から取り出して発光体薄膜上にステンレススチール製のマスクを設置し、再び基板ホルダーに固定し、モリブデン製の抵抗加熱ポートに金を200 μ g入れて、真空槽を 1×10^{-4} Paまで減圧した。その後ポートを1400℃に加熱し、最終的に50nmの金電極を発光体薄膜上に形成し、前記第1図に示すごとき形状の有機エレクトロルミネッセンス素子(EL素子)を製作した。

このEL素子に直流電圧20Vを印加したところ、電流が2.0mA流れ、青色発光を得た。このときの発光極大波長は450nm、発光輝度は80cd/m²であった。

実施例2

25mm×75mm×1.1mmのガラス基板上に1

ITOを蒸着法にて50nmの厚さで製膜したものを透明支持基板とし、この透明支持基板を市販の蒸着装置(日本真空技術特製)の基板ホルダーに固定し、モリブデン製の抵抗加熱ポートに1,4-ビス(4-メチルスチリル)ベンゼンを200mg入れ、真空槽を 1×10^{-4} Paまで減圧した。

さらに前記ポートを240~246℃まで加熱し、1,4-ビス(4-メチルスチリル)ベンゼンを蒸着速度0.5~1.0nm/secで透明支持基板上に蒸着し、膜厚0.5μmの発光体薄膜を得た。このとき基板温度は室温であった。これを真空槽より取り出し発光体薄膜上にステンレススチール製のマスクを設置し、再び基板ホルダーに固定したモリブデン製の抵抗加熱ポートに金200mgを入れて、真空槽を 2×10^{-4} Paまで減圧した。

その後ポートを1400℃まで加熱し20nmの膜厚で金電極を発光体薄膜上に形成し、対向電極とした。この素子に金電極を正極、ITO電極を負極とし直流30Vを印加したところ、電流が

槽を 2×10^{-4} Paまで減圧した。

その後ポートを1400℃まで加熱し20nmの膜厚で金電極を発光体薄膜上に形成し、対向電極とした。この素子に金電極を正極、ITO電極を負極とし直流30Vを印加したところ、電流が1mAながれ青緑色発光を得た。

このときの発光極大波長は480nm、発光帯域は440nm~600nmにおよぶ領域であり、発光輝度は0.1cd/m²であった。

〔発明の効果〕

本発明は、以上説明したように、1,4-ビス(アルキルスチリル)ベンゼン誘導体を発光体として有機EL素子を形成したものであるため、低電圧を印加するだけで高輝度を得ることができ、その構成も、基板/電極/発光体薄膜/電極と簡単であり、容易に製造することができる。さらに発光体の膜厚を比較的厚く選定できるため、ピンホールなどの不良も少なく生産性が向上し、各種表示用のEL素子として安価で安定した製品を提供することが可能となる。

20mAながれ青緑色発光を得た。

このときの発光極大波長は490nm、発光帯域は440nm~560nmにおよぶ領域であり、発光輝度は60cd/m²であった。

実施例3

25mm×75mm×1.1mmのガラス基板上にITOを蒸着法にて50nmの厚さで製膜したものを透明支持基板とし、この透明支持基板を市販の蒸着装置(日本真空技術特製)の基板ホルダーに固定し、モリブデン製の抵抗加熱ポートに1,4-ビス(4-エチルスチリル)ベンゼンを200mg入れ、真空槽を 1×10^{-4} Paまで減圧した。

さらに前記ポートを237℃まで加熱し、1,4-ビス(4-エチルスチリル)ベンゼンを蒸着速度0.5nm/secで透明支持基板上に蒸着し、膜厚0.5μmの発光体薄膜を得た。このとき基板温度は室温であった。これを真空槽より取り出し発光体薄膜上にステンレススチール製のマスクを設置し、再び基板ホルダーに固定しモリブデン製の抵抗加熱ポートに金200mgを入れて、真空

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明のEL素子の構成の一例を示す説明図である。

1: 基板 2, 4: 電極 3: 発光体
5: 電源

特許出願人 出光興産株式会社
代理人 弁理士 大谷 保



第 1 図

